

25 MAR 1972

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE C 09
~~CLASE~~ B

PATENTE DE INVENCION
=====

ICI CASE DA 29662 - SPAIN

400352

Memoria Descriptiva

sobre:

PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COLORANTES
MONOAZOICOS.

Solicitante: IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED, entidad inglesa,
residente en Imperial Chemical House, Millbank,
Londres, S.W.1., Inglaterra.

Int. Cl.² C 09 B

5. Esta invención se relaciona con un
procedimiento para preparar colorantes monoazóicos dis-
persos que son valiosos para teñir materiales textiles
sintéticos, en especial materiales textiles de poliés-
teres aromáticos, mediante técnicas de teñido con di-



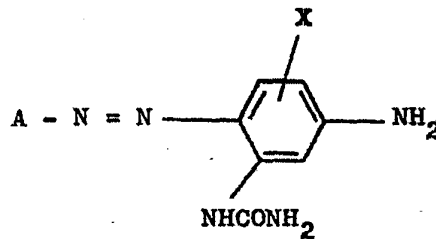
- 2 -

400352

solventes.

De acuerdo con la invención, se proporcionan los colorantes monoazóicos dispersos, libres de grupos ácido sulfónico y ácido carboxílico, de fórmula:

5.

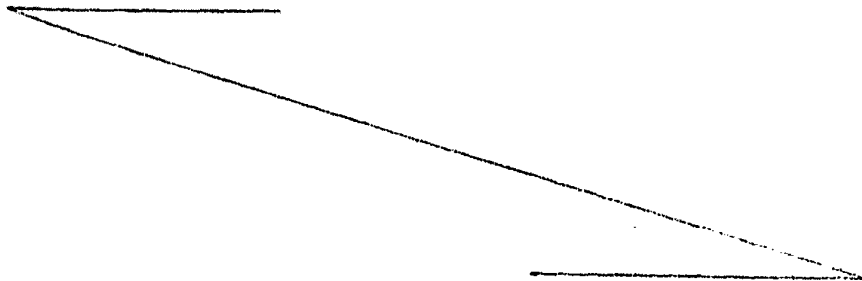


en la que A es un radical de un componente diazónico de la serie bencénica, naftalénica, tiofénica, tiazólica, isotiazólica, tiadiazólica, benzotiazólica, bencisotiazólica o indazólica, y X es hidrógeno, cloro, bromo, alquilo inferior, alcoxi inferior, ciano, alquiltio inferior, acilamino, carboalcoxi inferior, carbonamido, alquil (inferior) sulfonilo, alquil (inferior) carbonilo o benzoilo, benoxicarbonilo o fenilsulfonilo opcionalmente sustituido.

10.

15.

A través de esta memoria, los términos alquilo inferior y alcoxi inferior se emplean para representar radicales alquilo y alcoxi que contienen respectivamente de 1 a 4 átomos de carbono.





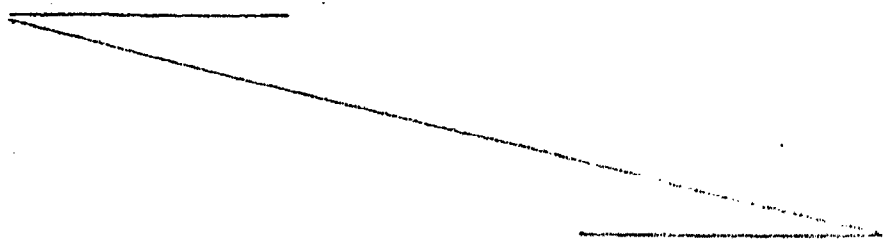
400352

- Como ejemplos de los sustituyentes representados por X, pueden mencionarse alquilo inferior, tal como metilo, alcoxi inferior, tal como metoxi, alquiltio inferior, tal como metiltio, carboalcoxi inferior, tal como carboetoxi, alquil(inferior)sulfonilo tal como etilsulfonilo, alquil(inferior)carbonilo, tal como acetilo, benzoilo, p-nitrobenzoilo, p-metilfenilsulfonilo, fenilsulfonilo, fenoxicarbonilo y grupos acilamino de fórmula: $-NHCOT$, en la que T es hidrógeno, alquilo inferior o arilo, tal como formilamino, acetilamino o benzamido, o un grupo de fórmula $-NHCOT'$ ó $-NHSO_2T'$ en la que T' es alquilo inferior o arilo, tal como etoxicarbonilamino, metilsulfonilamino y p-toluenosulfonilamino.

15. Sin embargo, es preferible que X esté unido al anillo bencénico en posición para con respecto al grupo ureido y que X sea hidrógeno, alquilo inferior o alcoxi inferior.

20. El radical del compuesto diazónico representado por A puede contener sustituyentes convencionales aparte de los grupos ácido sulfónico y ácido carboxílico, y pueden mencionarse como ejemplos de tales sustituyentes: cloro, bromo, nitro, ciano, trifluormetilo, tiociano, alquilo inferior tal como metilo, alcoxi inferior tal como metoxi, carboalcoxi inferior, tal como

25.



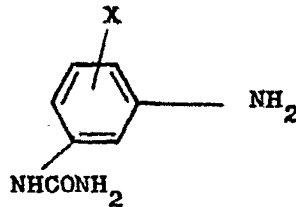


- 4 -

400352

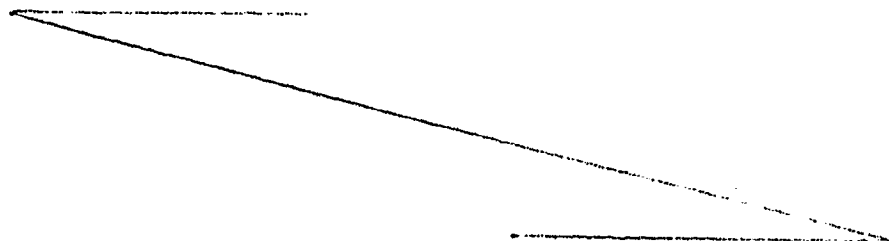
carboetoxi, alquil(inferior)sulfonilo, tal como etil-sulfonilo, carbonamido, sulfonamido y acilo tal como acetilo y benzoilo. Sin embargo, es preferible que A represente un radical fenilo opcionalmente sustituido.

5. Según otra característica de la invención, se proporciona un procedimiento para la obtención de los colorantes azoicos mencionados que comprende diazotar una amina de fórmula: $A-NH_2$ y copular el compuesto diazoico resultante con un componente de copulación de fórmula:
- 10.



en la que A y X se definen como anteriormente, estando libres la amina y el componente de copulación de grupos ácido sulfónico y ácido carboxílico.

15. El proceso de la invención puede realizarse convenientemente añadiendo nitrito sódico a una solución o suspensión de la amina en un ácido inorgánico fuerte conteniendo opcionalmente agua, o añadiendo la amina a una solución de ácido nitrosilsulfúrico,
20. añadiéndose entonces la solución o suspensión resultante



25 MAR 1959

400352

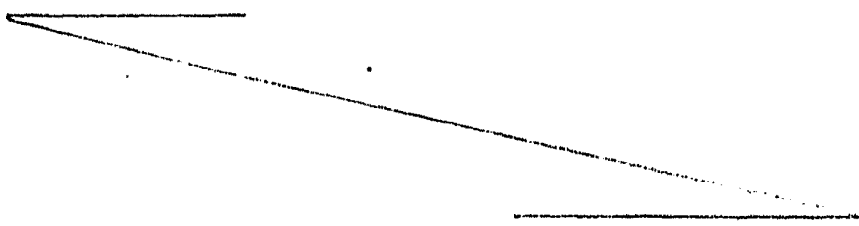
5. del componente diazótico a una solución del componente de copulación en agua que contiene un ácido y/o un líquido orgánico soluble en agua. Si es necesario, el pH del medio de copulación se ajusta entonces para facilitar la copulación y finalmente el colorante se aísla por métodos convencionales.

10. La amina primaria de fórmula $A-NH_2$ usada en el proceso anterior puede ser cualquier amina de la serie bencénica, naftalénica, tiofénica, tiazólica, isotiazólica, tiadiazólica, benzotiazólica, bencisotiazólica o indazólica, que esté libre de grupos ácido sulfónico y ácido carboxílico.

15. Como ejemplos específicos de aminas de la serie bencénica, pueden mencionarse: anilina, o-, m- ó p-(cloro, bromo metil, metoxi, nitro, ciano o carbometoxi) anilina, 2:5-dicloroanilina, 2:4-dinitroanilina, 2:4-dinitro-6-(cloro, bromo, nitro o ciano) anilina, 4- ó 5-(cloro, bromo o nitro)-2-(anisidina o toluidina), 2-amino-5-nitrobenzotrifluoruro, 2:4-di(metilsulfonil) anilina, 4-amino-benzamida, 2:6-di(cloro ó bromo) anilina-4-sulfonamida, 2:5-di(cloro ó bromo)-4:6-dinitroanilina y 2-(cloro ó bromo)-4-tiocianoanilina.

20. Como ejemplos de aminas de la serie naftalénica, pueden mencionarse 1-naftilamina y 1-naftilamina-4-sulfonamida.

25.



25 MAR 1952

- 6 -

400352

Como ejemplos de aminas de la serie tiazólica, pueden mencionarse: 2-aminotiazol, 5-nitro-2-aminotiazol, 4-(metil y fenil)-5-nitro-2-aminotiazol y 2-amino-5-metilsulfoniltiazol.

5. Como ejemplos de aminas de la serie isotiazólica, pueden mencionarse el 5-amino-3-metil-4-nitrosotiazol y 5-amino-3-metilisotiazol.

10. Como ejemplos de aminas de la serie tiofénica, pueden mencionarse 2-amino-3-nitro-5-(acetil y benzoil)tiofeno .

Las aminas de la serie tiadiazólica incluyen 2-amino-5-(metil ó fenil)-1:3:4-tiadiazol y 5-amino-3-(metil ó fenil)-1:2:4-tiadiazol.

15. Las aminas de la serie benzotiazólica incluyen 2-aminobenzotiazol y 6-(metoxi, etoxi, nitro, metilsulfonilo, ciano ó tiociano)-2-aminobenzotiazol.

20. Las aminas de la serie bencisotiazólica incluyen 3-aminobenz-2:1-isotiazol y 3-amino-5-nitrobenz-2:1-isotiazol.

Las aminas de la serie indazólica incluyen 3-amino-2-metil-5-nitroindazol y 3-amino-2-metil-5:7-dinitroindazol.

25. Los componentes de copulación de la fórmula anterior pueden obtenerse a su vez tratando la

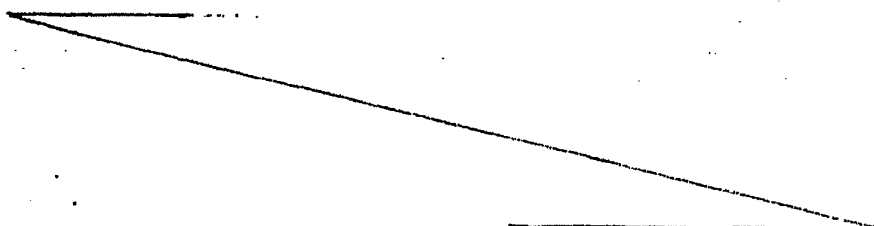
25 MAR 1952

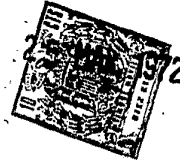
- 7 -

400352

correspondiente amina con fosgeno y amoniaco con el fin de introducir el grupo ureido.

Com ejemplos específicos de dichos componentes de copulación, pueden mencionarse: m-ureido-anilina, 2-metil-5-ureidoanilina, 2-metoxi-5-ureidoanilina, 2-etoxi-5-ureidoanilina, 2-cloro-5-ureidoanilina, 2-bromo-5-ureidoanilina, 2:5-diureidoanilina y 2-acetil-amino-5-ureidoanilina.

10. Los colorantes azoicos dispersos de la invención son valiosos para teñir materiales textiles sintéticos, por ejemplo, materiales textiles de acetato de celulosa, de poliamida y, sobre todo, de poliésteres aromáticos, en especial mediante métodos de teñido con disolventes. Asi, los citados materiales textiles pueden sumergirse en un baño de teñido que comprende una dispersión del colorante en un liquido orgánico, en particular percloroetileno, estando presente preferiblemente un agente dispersante, y conteniendo también preferiblemente el baño de teñido una pequeña cantidad de agua. El teñido se realiza entonces a temperaturas elevadas, por ejemplo, de 60 a 170°C, con preferencia a una temperatura comprendida entre 100 y 140°C y a presión superatmosférica. El material textil teñido se separa entonces del baño de teñido, se trata, si es necesario, para eliminar el exceso de licor de baño de
- 15.
- 20.
- 25.
- 



400352

teñido y/o colorante suelto, de la superficie del material textil y, a continuación, se seca.

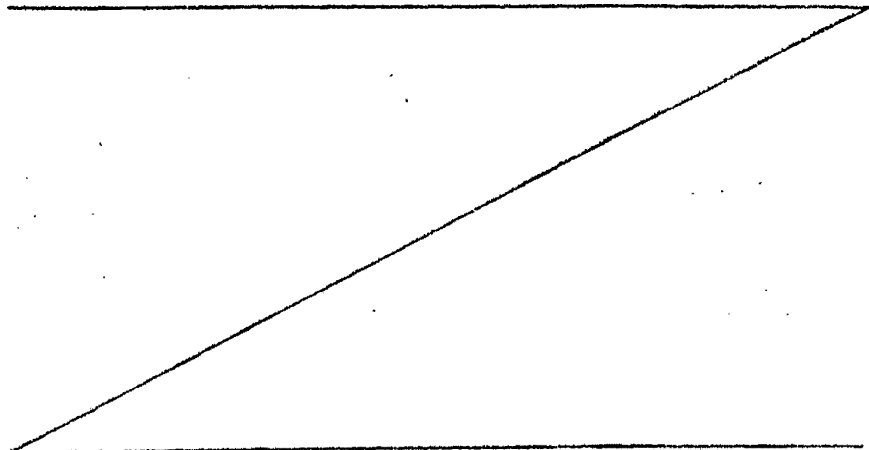
Cuando se aplican mediante métodos de teñido con disolventes, los colorantes de la invención

5. poseen una excelente afinidad y propiedades de formación sobre materiales textiles sintéticos y, en particular, sobre materiales textiles de poliésteres aromáticos. Los teñidos resultantes son de una excelente solidez a la luz y a los ensayos de solidez en seco y en húmedo.

10. Cuando se aplican mediante métodos de teñido con disolventes, los colorantes de la invención muestran un mejor agotamiento que los colorantes similares que contienen un grupo acilamino en lugar del grupo ureido.

15. Los colorantes pueden aplicarse también a materiales textiles sintéticos mediante métodos de teñido acuosos o termosol, que son convencionalmente empleados en el teñido de tales materiales textiles.

20. La invención se ilustra, pero no se limita por los siguientes ejemplos, en los cuales las partes y porcentajes se indican en peso.





400352

EJEMPLO 1

5. Se añaden 9 partes de una solución acuosa concentrada de ácido clorhídrico a una solución de 1,73 partes de 2-cloro-4-nitroanilina en 20 partes de ácido acético y la suspensión resultante se enfría a 5°C. Se añade una solución de 0,69 partes de nitrito sódico en 4,5 partes de agua, la mezcla se agita durante 10 minutos y se destruye el exceso de ácido nitroso mediante la adición de ácido sulfámico. La solución resultante del compuesto diazónico se añade entonces a una
10. solución de 1,51 partes de m-ureidoanilina en una mezcla de 50 partes de agua, 6 partes de una solución acuosa 2N de ácido clorhídrico y 50 partes de acetona, a una temperatura no superior a 10°C. Se añade acetato sódico hasta que la mezcla deja de ser ácida al Rojo Congo y la mezcla se agita entonces durante 1 hora a 10°C. El colorante precipitado se filtra, se lava y se seca.
- 15.

20. El colorante se dispersa en percloro etileno en presencia de un agente dispersante y se añade 3 % de agua (sobre el peso de percloroetileno). Se sumerge entonces un material textil de poliéster aromático en el baño de tñido resultante y se efectúa el tñido durante 1 hora a 130°C bajo presión superatmosférica. Se obtiene una tonalidad roja de excelentes pro-

25 MAR 1972



- 10 -

400352

iedades de solidez.

EJEMPLOS 2 - 5

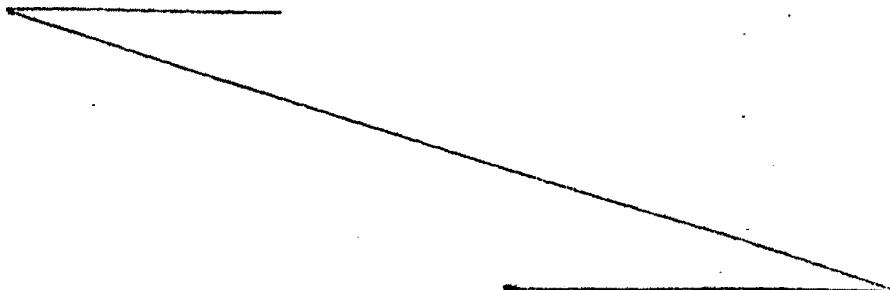
En lugar de las 1,73 partes de 2-cloro-4-nitroanilina, empleadas en el ejemplo anterior, se utilizan cantidades equivalentes de:

5. 4-nitroanilina
- 2-carbanamido-4-nitroanilina
- 2-amino-6-tiocianobenzotiazol y
- 2-ciano-4-nitroanilina

10. con lo cual se obtienen colorantes que tiñen de forma similar un material textil de poliéster aromático, en tonalidades escarlata, roja, escarlata y rubí, respectivamente.

EJEMPLOS 6 - 19

15. Los colorantes de la presente invención obtenidos por el método del ejemplo 1, empleando los componentes diazónicos y de copulación, tabulados, proporcionan las tonalidades indicadas cuando se emplean para teñir materiales textiles de poliéster mediante el método del ejemplo 1.
- 20.





400352

Ejemplo	Compuesto diazónico	Componente de copulación	Tonalidad
6	2-cloro-4-nitroanilina	2-cloro-5-ureidoanilina	escarlata
7	2-cloro-4-nitroanilina	2-bromo-5-ureidoanilina	"
8	2-cloro-4-nitroanilina	2-metil-5-ureidoanilina	roja
9	2-amino-5-nitrotiazol	2-metoxi-5-ureidoanilina	azul-verdosa
10	2-bromo-4,6-dinitroanilina	2-metoxi-5-ureidoanilina	azul-rojiza
11	1-amino-5-metilsulfamil-naftaleno	m-ureidoanilina	
12	2-amino-3-nitro-5-acetil-tiofeno	"	azul-verdosa
13	3-amino-5-nitrobenz-1,2-isotiazol	"	"
14	2-metoxicarbonil-4-nitroanilina	"	roja
15	2-amino-6-metilsulfamil-benzotiazol	"	"
16	3-amino-2-metil-5,7-dinitroindazol	"	azul-verdosa
17	2,6-dicloro-4-nitroanilina	"	marrón-rojiza
18	2-metilsulfamil-4-nitroanilina	"	rojo-azulada
19	2,6-dicloro-4-sulfamilanilina	"	naranja



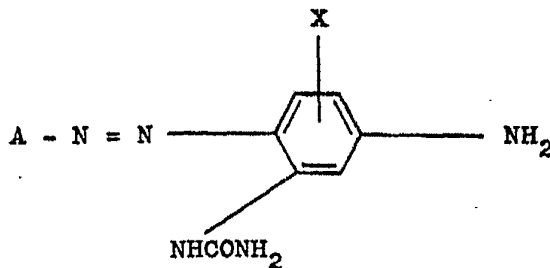
- 12 -

NOTA **400352**

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la forma de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente descritas son susceptibles de modificaciones

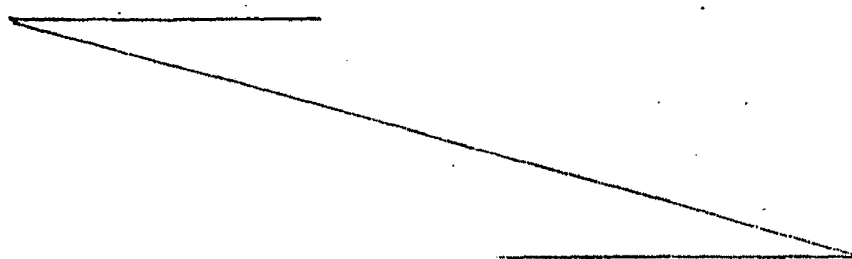
5. de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en Inglaterra el 2 de Marzo de 1971, con el N° 5796/71, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita una Patente de Invención por 20 años en España, sobre "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE COLORANTES MONOAZOICOS", caracterizándose por lo siguiente:

10. 1.- Procedimiento para la obtención de colorantes monoazoicos, libres de grupos ácido sulfónico y ácido carboxílico, de fórmula:



15. en la que A es un radical de un componente diazo de la serie bencénica, naftalénica, tiofénica, tiazólica,

20.

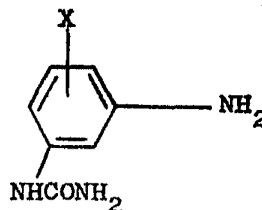


25 MAR 1972

400352

5. isotiazólica, tiadiazólica, benzotiazólica, bencisotiazólica o indazólica, y X es hidrógeno, cloro, bromo, alquilo inferior, alcoxi inferior, ciano, alquiltio inferior, acilamino, carboalcoxi inferior, carbonamido, alquilsulfonylo inferior, alquilcarbonilo inferior o benzóilo, fenoxicarbonilo o fenilsulfonylo, opcionalmente sustituido; caracterizado porque comprende diazotar una amina de fórmula A-NH₂ y copular el compuesto diazo resultante con un componente de copulación de fórmula:

10.



en donde A y X se definen como anteriormente, estando libres la amina y el componente de copulación de grupos ácido carboxílico o sulfónico.

15.

2.- Procedimiento para la obtención de colorantes monoazoicos, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de 13 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madriz,

25 MAR. 1972

IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LIMITED

L. GOMEZ ACEBO Y MODEY
e. s. Firmado: F. Hernández Rola

